

技術論文

30kV 走査型電子顕微鏡による動的磁区観察

Dynamic Domain Observation by 30kv Scanning Electron Microscope

正 榎園 正人 (大分大学工学部) 学 平林 孝一 (大分大学工学部)
 非 島谷 孝 (サンユー電子)

Masato ENOKIZONO, Faculty of Engineering, Oita University,
 700 Dannoharu, Oita 870-11
 Koichi HIRABAYASHI, Faculty of Engineering, Oita University
 Takashi SHIMAYA, Sanyu Electron Corporation,
 2-24-12 Hyakunintyo, Shinzuku-ku, Tokyo

Many works about the magnetic properties under rotational excitation have been investigated the electrical steel sheet, such as silicon steel. Magnetic domain observation is the important mean for it. However the dynamic rotational domain observation method is very little. In this paper, scanning electron microscope with low voltage class, 30kV, has been improved to observe the dynamic domain moving at 60Hz under rotating excitation.

Key Words: Scanning Electron Microscope, Magnetic Domain, Rotational Excitation

1 緒論

交流回転機の電機子鉄心や三相変圧器鉄心のT接合部においては多くの場合商用周波数を基本波とする回転磁束が発生して、この回転磁束が鉄損増加の大きな要因となっている。よって回転磁束下の材料の磁気特性や磁化過程を理解するために、このときの材料の磁区構造の変化を観察することは非常に重要である。磁区を観察するための手段は、種々あるが特にその動的特性をみるための手段の一つとして走査型電子顕微鏡(以下 SEM)による観察は有効であるといえる [1]。

しかし今まで動的磁区を観察は大型で高加速電圧の SEM ではおこわれてきたが、30kV 程度の小型で低加速電圧の SEM では磁区のコントラストが充分でないため観察が困難であった。そこで今回、30kV SEM で回転磁束下の動的磁区観察ができるような装置を開発したので、それについて報告する。

2 観察装置

2.1 試料台

磁区観察システムは SEM 本体および今回作成した磁区観察装置と試料台からなる。

試料台の構造は Fig. 1 に示す。回転磁束を発生させ

る励磁法は、図のように直交する二組の円柱の継鉄に励磁巻き線を施し各々に 90°位相の異なる正弦波電圧を印加する。磁界の強さは励磁電流の大きさ(1 mA から 1A まで可変)により制御する。

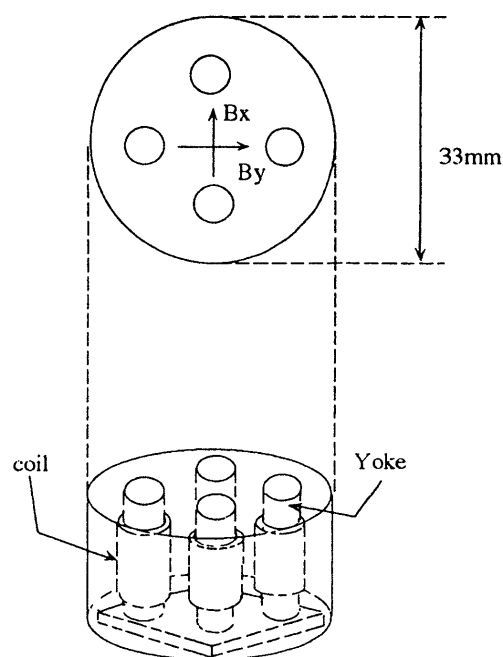


Fig.1 Apparatus for two-dimensional excitation of magnetic flux

また、この装置は一組のコイルにのみ正弦波電圧を加えることで特定方向の交番磁束を発生させることができる。さらに DC 及び 10Hz から 60Hz まで 10Hz ごとに周波数を変えることができ、直流励磁下の磁区および種々の交流励磁下の磁区像を観察できる。Fig. 2 に示すようにこの試料台の上に観察試料を固定し、それを SEM 本体の試料室内に装着して 45° に傾けて電子ビームを入射させる。このとき試料内に侵入した電子線は、自発磁化によってローレンツ力を受け、磁区ごとに再び表面に出たり、あるいは、内部に深く侵入したりして反射電子線の強度が異なる。この反射電子像に現れる磁気コントラストとして磁区を観察する [2]。

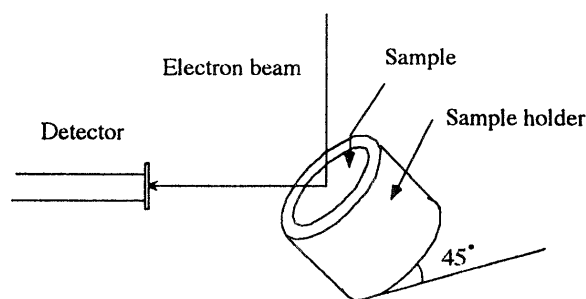


Fig. 2 Sample arrangement for domain observation

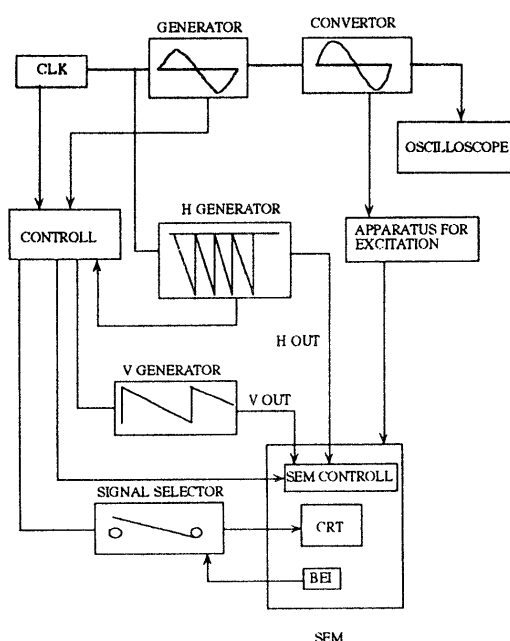


Fig. 3 Construction of observation system

2.2 動的磁区観察装置

動的磁区像の形成は新たに開発した DIGITAL SCAN 方式を用いる。その構成図を Fig. 3 に示す。SEM の像観察は、細く絞った電子線を試料上で走査させ、かつ像再生側では CRT 内の電子ビームを蛍光面に走査させて両者の同期をとることによって像形成がおこなわれる。ここでは、動的磁区観察をおこなうために、水平および垂直走査速度を変更できるようにした。まず試料台のコイルの励磁を行うために磁区観察装置で正弦波を発生させ試料に回転磁界をかけるが、このさい、その励磁電流波形はオシロスコープで逐次観察できる。そして、Fig. 4 に示すように試料に回転磁界をかけたとき、その回転磁界の周期を、 $1/8$ に同期分割させて走査型電子顕微鏡の水平走査速度とする。CRT 上では周期の $1/8$ から $8/8$ の位相のいずれか一つを選び、その特定の位相での水平走査信号で像を構成する。よって水平走査を 8 回行う内 1 LINE のみ CRT に表示する。これにより特定の位相、つまり回転磁界においては、ある特定の方向の動的磁区観察が行える。

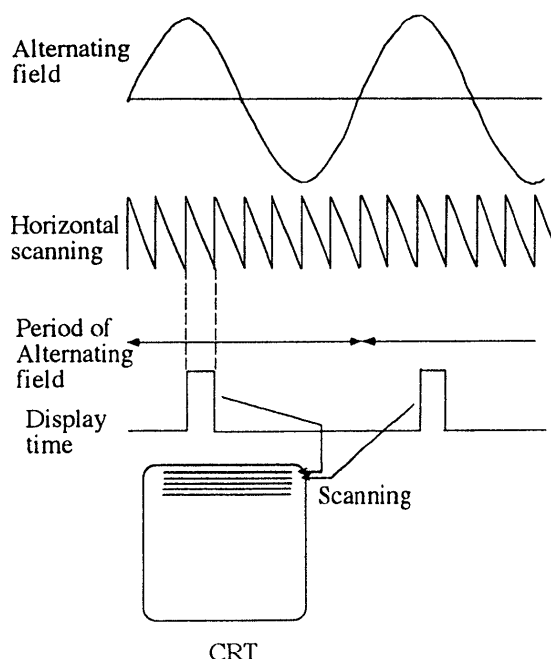


Fig. 4 Display system

写真撮影時には SEM 備え付けの PHOTO 機能が使用できないので磁区観察装置の側で制御してやる。ここでは像のコントラストを高めてやるために 1 回から 9 回まで重ね取りの回数が選択できるようにした。これにより一画面をつくるのに、8 回の走査の

うち1回のみしか像表示をしないことによる像の劣化をある程度ふせぐことができる。

2.3 検出器について

磁区の観察は、反射電子像に現れる磁気コントラストとして磁区を観察するが、磁気コントラストは加速電圧のほぼ $3/2$ 乗に比例して大きくなる [3] のであるから、加速電圧はできるだけ高い方がよい。これが今まで動的磁区観察が 30keV という比較的低加速電圧の SEM ではむずかしかった理由としてあげられる。今回、低加速電圧で磁区観察を可能にするため反射電子を検出する検出器に改良をおこなったが、反射電子検出器は本来、より多くの反射電子を検出するために、その検出面はできるだけ大きい方がよい。しかし検出器の検出面が大きいと磁区の自発磁化によるローレンツ力で反射電子が曲げられた影響を検出しにくい。そこで Fig. 5 のように、検出面を直径 2mm 程度にまでしぼりこんで、この影響がでやすいように改良した。検出面を狭くすると検出できる反射電子の数が減り磁区像が観察しにくくなるので検出器と試料との位置関

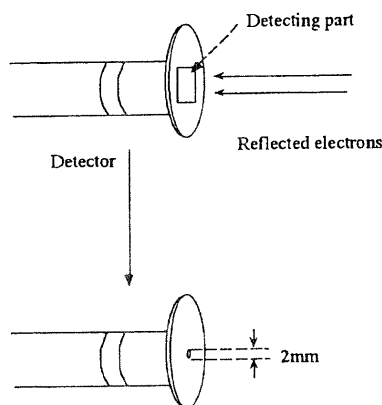


Fig.5 Improvement of detector

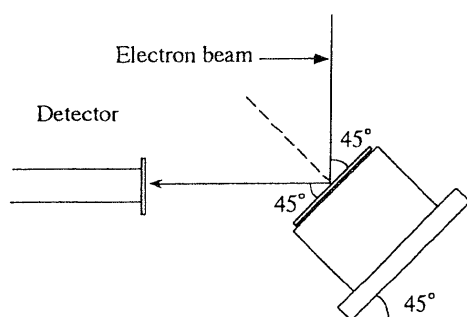
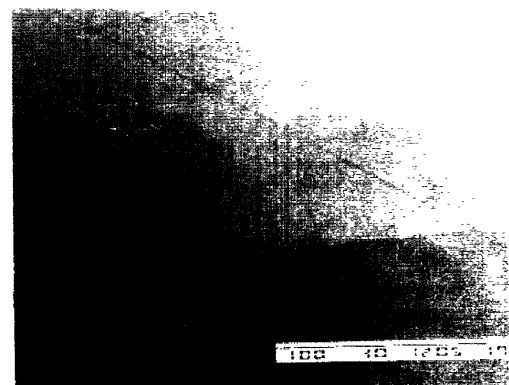


Fig.6 Relation of detector and sample holder

係を工夫する必要がある。反射電子強度が最大となる方向は光が鏡によって反射する方向とほぼ一致する。つまり入射角と反射角が等しくなる方向に最大の強度をもっている。だから、Fig. 6 のように試料台を 45° に傾けたときは、入射角と反射角が 45° になるような位置関係で検出器が反射電子をとりこめるように、試料台を移動させる。



(a)



(b)

0.1 mm

Fig.7 SEM photographs of silicon steel plate of demagnetized state

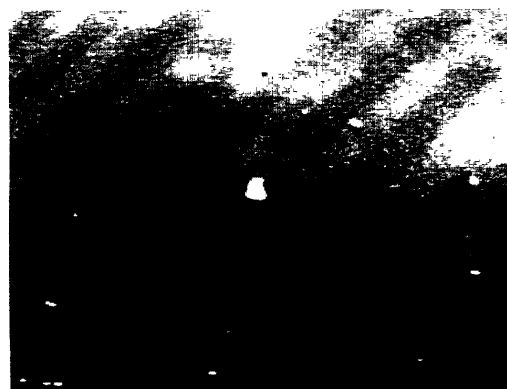
(a) before improvement (b) after improvement

3 観察結果

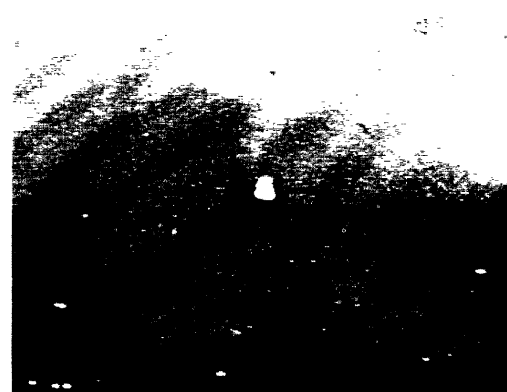
今回観察した試料は直径 26mm 、厚さ 0.17mm の電解研磨した方向性けい素鋼板（新日本製鉄製）を用いた。Fig.7 に磁束をかけていないときの、検出器の改良前と改良後の磁区像を示す。改良前は磁区コント



a) H vector



b) H vector



c) H vector



d) H vector



Fig.8 SEM photographs of silicon steel plate under rotational excitation

$$(B = 6.7 \times 10^{-2}, f = 60\text{Hz})$$

0.1mm

ラストをはっきりとみることができなかったが、この検出器の改良によって磁区コントラストが鮮明になった。これにより Fig. 8 のように 60Hz の回転磁界をかけたときも磁区像がはっきりと得られるようになった。その磁界の方向は矢印に示すとおりである。そして回転磁束の大きさは $6.7 \times 10^{-2}(\text{T})$ である。

4 結論

動的磁区観察が容易に行えるために、比較的 low 加速電圧レベルでの SEM を用いた方法を紹介した。今後は、今回のシステムにさらに改良を加え、2 次元磁気特性の測定とあわせ発展させる予定である。

(1994 年 3 月 16 日受付)

参考文献

- [1] H. Mogi, M. Mizokami and T. Nozawa: JSAEM Studies in Applied Electromagnetics, Vol.1 (2nd 2D MAG Workshop) (1993)
- [2] 近角聰信：強磁性体の物理（下），裳華房
- [3] 日本電子顕微鏡学会関東支部編：走査電子顕微鏡の基礎と応用，共立出版